

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international(43) Date de la publication internationale
18 mars 2004 (18.03.2004)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2004/023084 A1(51) Classification internationale des brevets⁷ :

G01F 1/704, G21H 5/02

(21) Numéro de la demande internationale :

PCT/FR2003/002657

(22) Date de dépôt international :

5 septembre 2003 (05.09.2003)

(25) Langue de dépôt :

français

(26) Langue de publication :

français

(30) Données relatives à la priorité :

02/11050

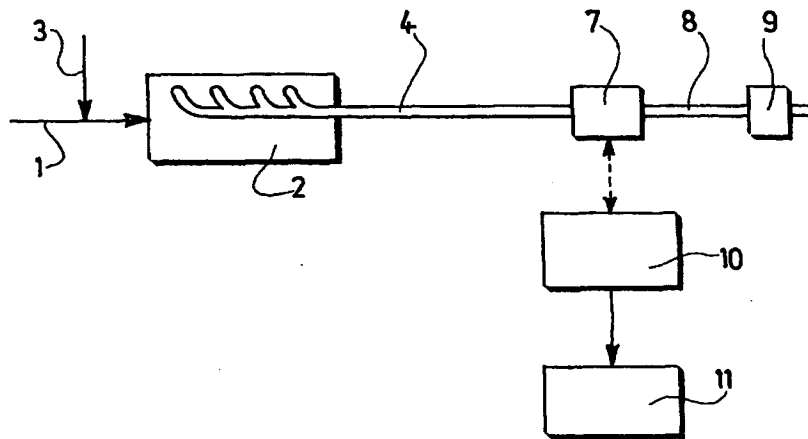
6 septembre 2002 (06.09.2002) FR

(71) Déposants (pour tous les États désignés sauf US) : TO-
TALFINAELF FRANCE [FR/FR]; Tour Total, 24, coursMichelet, F-92800 Puteaux (FR). DELTA SERVICES IN-
DUSTRIELS SPRL [BE/BE]; 54, résidence des Mottes,
B-7503 Froyennes (BE).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : DELVI-
GNE, Thierry [BE/BE]; 54, résidence des Mottes, B-7503
Froyennes (BE). OBIOLS, Jérôme [FR/FR]; 203, rue
Duguesclin, F-69003 Lyon (FR).(74) Mandataire : JOLLY, Jean-Pierre; Cabinet Jolly, 54, rue
de Clichy, F-75009 Paris (FR).(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CONTINUOUS DETERMINATION OF LUBRICATING OIL CONSUMPTION OF
AN INTERNAL COMBUSTION ENGINE(54) Titre : PROCEDE ET DISPOSITIF POUR LA DETERMINATION EN CONTINU DE LA CONSOMMATION EN HUILE
LUBRIFIANTE D'UN MOTEUR A COMBUSTION INTERNE

(57) Abstract: The invention relates to a method and device for the continuous determination of the lubricating oil consumption of an internal combustion engine. The inventive method consists in: placing a determined quantity of at least one radioactive tracer in the lubricating oil of which the consumption is to be measured; and measuring the quantity of radioactive tracer(s) present in the gases released from the engine (2), said measurement being taken downstream of the engine. According to the invention, the quantity of radioactive tracer(s) of the lubricating oil present in the gases released from the engine (2) is measured as follows: the gases are brought into contact with a trap (7) which can physically trap the radioactive tracer particles, the radiation from the trap is measured using a detector (10) which is sensitive to radiation emitted by the trapped radioactive tracer(s) and the measurements taken by the detector (10) are sent to a programmed computer which can convert said measurements into the lubricating oil consumption rate of the engine.

[Suite sur la page suivante]



SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

- (84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Déclaration en vertu de la règle 4.17 :

- relative à la qualité d'inventeur (règle 4.17.iv) pour US seulement

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) Abrégé : Dans ce procédé: on marque l'huile lubrifiante dont on désire mesurer la consommation avec une quantité déterminée d'au moins un traceur radioactif; on mesure en aval du moteur (2), dans les gaz issus de celui-ci, la quantité de traceur(s) radioactif(s) présente; Selon l'invention, la mesure dans les gaz issus du moteur (2) de la quantité présente de(s) traceur(s) radioactif(s) de l'huile lubrifiante comprend: la mise en contact de ces gaz avec un piège (7) apte à retenir physiquement les particules de(s) traceur(s) radioactif(s); la mesure, à l'aide d'un détecteur (10) sensible à un rayonnement émis par le(s) traceur(s) radioactif(s) retenu par le piège (7), de ce rayonnement en provenance du piège; et la transmission des mesures effectuées par ce détecteur (10) à un ordinateur programmé apte à convertir ces mesures en le taux de consommation du moteur en huile lubrifiante.

Procédé et dispositif pour la détermination en continu de la consommation en huile lubrifiante d'un moteur à combustion interne.

5 La présente invention concerne un procédé et un dispositif pour la détermination en continu de la consommation en huile lubrifiante d'un moteur à combustion interne. Ce procédé utilise un radiotraceur incorporé dans l'huile et dont la quantité mesurée dans les gaz d'échappement est proportionnelle à la consommation d'huile moteur.

10 On sait l'importance que présente aussi bien pour les fabricants d'automobiles que pour les producteurs d'huiles lubrifiantes et/ou d'additifs la connaissance précise de la consommation des moteurs de véhicule en huile lubrifiante, que ce soit pour prévenir une usure prématurée des pièces du moteur ou pour faire fonctionner celui-ci
15 dans les meilleures conditions de lubrification.

 A ce jour, diverses méthodes ont été proposées pour mesurer la consommation des moteurs à combustion interne en huile lubrifiante, mais elles présentent toutes l'inconvénient d'être discontinues.

20 Elles comportent, en outre, divers désavantages suivant leur nature, par exemple celui de nécessiter un appareil de mesure très important, dans le cas de l'utilisation d'un traceur au brome radioactif, de conduire à des résultats non fiables du fait d'une altération par le traceur lui-même, dans le cas de l'utilisation de traceurs au soufre ou au zinc, voire même d'imposer d'effectuer les mesures dans un
25 laboratoire muni d'équipements spéciaux de sécurité, si l'on emploie du tritium comme traceur.

 Du fait de ces inconvénients, on a donc suggéré de marquer les huiles avec un traceur radioactif et de mesurer la quantité de ce traceur présente dans les gaz d'échappement, en faisant barboter ceux-ci dans
30 une solution aqueuse d'acide nitrique et de nitrate d'argent (voir "A Method of Measuring Oil Consumption by Labelling with Radioactive Bromine", H. Zellbeck, M. Bergmann, J. Röthig, J. Seibold et A. Zeuner, Tribotest Journal 6-3, Mars 2000).

35 On a également proposé d'incorporer à l'huile un traceur radioactif à base de brome, par exemple le 1,2-dibromooctadécane, et de

mesurer la teneur des gaz d'échappement en ce composé à l'aide d'une solution basique, par exemple de soude (Brevet U.S. N° 3 471 696).

L'inconvénient de ces méthodes est qu'elles impliquent des opérations de montage et de démontage du dispositif d'analyse et que les mesures effectuées sont échelonnées sur une durée assez longue.

On ressent donc le besoin, dans la technique, de disposer d'un procédé et d'un dispositif permettant la mesure en continu de la consommation par un moteur à combustion interne d'huile lubrifiante, sans avoir à monter ou démonter des dispositifs spéciaux, qui puissent être mis en œuvre facilement à l'aide d'appareillages simples et éprouvés, et qui n'affectent en rien les propriétés de l'huile concernée.

Dans son principe, l'invention consiste à utiliser dans ce but la présence dans l'huile lubrifiante d'un traceur radioactif incorporé à celle-ci, pour mesurer en aval du moteur la radioactivité des gaz de combustion à l'aide d'une sonde sensible à un rayonnement ionisant et en déduire la consommation du moteur en huile lubrifiante.

L'invention a par conséquent pour premier objet un procédé de détermination en continu de la consommation en huile lubrifiante d'un moteur à combustion interne, dans lequel :

- on marque l'huile lubrifiante dont on désire mesurer la consommation avec une quantité déterminée d'au moins un traceur radioactif ;

- on mesure en aval du moteur, dans les gaz issus de celui-ci, la quantité de(s) traceur(s) radioactif(s) présente ;

- et l'on en déduit la consommation du moteur en huile lubrifiante ;

ce procédé étant caractérisé en ce que la mesure dans les gaz issus du moteur de la quantité présente de(s) traceur(s) radioactif(s) de l'huile lubrifiante comprend :

- la mise en contact de ces gaz avec un piège apte à retenir physiquement les particules de(s) traceur(s) radioactif(s) ;

- la mesure, à l'aide d'un détecteur sensible à un rayonnement émis par le(s) traceur(s) radioactif(s) retenu(s) par le piège, de ce rayonnement en provenance du piège ;

- et la transmission des mesures effectuées par ce détecteur à un ordinateur programmé apte à convertir ces mesures en le taux de consommation du moteur en huile lubrifiante.

Le traceur radioactif, choisi tel que son rayonnement soit mesurable, peut être de nature très diverse et est sélectionné parmi des espèces activables Ei et/ou des espèces Eii radioactives de par leur nature.

5 On notera que la quantité nécessaire de traceur radioactif contenue dans l'huile lubrifiante dépendra notamment de la nature du traceur (activité, type et énergie de rayonnement), du positionnement du détecteur par rapport au piège, de la géométrie du détecteur et du piège et des éventuels blindages.

10 Selon les cas, les espèces Ei sont activées soit avant leur incorporation au sein de l'huile moteur ou soit au sein de l'huile moteur. Cette activation est effectuée par voie neutronique via une irradiation effectuée par une source neutronique ou effectuée par un faisceau de protons au moyen d'un accélérateur de particules, dans des conditions appropriées connues de l'homme du métier.

15 Une des options possibles pour l'activation est d'incorporer l'espèce Ei à une quantité appropriée d'un vecteur (par exemple, des solvants et/ou diluants tels qu'une huile de dilution), puis de soumettre le mélange obtenu à l'activation adéquate et enfin de l'ajouter à l'huile moteur.

20 Ces espèces Ei susceptibles d'être marquées englobent notamment les éléments suivants : le zinc, le brome, le sodium, le molybdène, le phosphore, le soufre, le cuivre, le calcium et le magnésium, et des composés comprenant ces éléments.

25 A titre d'exemples de composés utilisables d'espèces Ei, on citera les familles d'additifs usuels pour lubrifiants suivants : dithiophosphate de zinc, sulfonates de calcium, sulfonates de magnésium, phénates de calcium, phénates de magnésium, salicylates de calcium, salicyclates de magnésium, etc.

30 On peut également utiliser d'autres espèces Ei sans impact sur les propriétés d'utilisation de l'huile et dont la quantité recueillie au niveau de la sortie des gaz d'échappement reste corrélée à la consommation d'huile moteur.

35 Pour les espèces Eii, on citera, par exemple, les isotopes des halogènes tels que, par exemples, le brome-82, le technétium 99-m, le strontium-85, le germanium-68, le germanium-69 et le cobalt-56.

Comme pour les espèces Ei, les éléments naturellement radioactifs peuvent être utilisés seuls ou sous forme de composés contenant ledit élément, et être incorporés ou non au sein d'un vecteur (par exemple, des solvants et/ou diluants, tels qu'une huile de dilution).
5 Par exemple, le technétium 99-m peut être incorporé dans l'huile sous forme d'une solution aqueuse de pertechnétate de sodium NaTcO_4 .

On peut également utiliser du technétium 99-m conditionné sous forme de particules de dimensions nanométriques et isolées de l'atmosphère par du carbone ; on citera à ce sujet le produit commercialisé sous la marque Technégaz (ce produit est habituellement
10 utilisé pour l'étude clinique de l'aération des poumons.)

Concernant l'utilisation du germanium-68 ou du germanium-69, on peut également ajouter à l'huile au moins un tétra-alkyl germane contenant au moins l'un de ces deux isotopes. La longueur des chaînes alkyle de ces tétra-alkyl germanes étant proportionnelle à leur point d'ébullition, on utilisera avantageusement un mélange de tétra-alkyl germanes dont les points d'ébullition sont représentatifs de l'intervalle de distillation du lubrifiant considéré. A titre d'exemples, le
15 tétrahexylgermane, le tétraheptylgermane et le tétraoctylgermane ont des points d'ébullition comparable à un lubrifiant moteur classique.

Afin de simplifier l'élimination des traceurs radioactifs retenus par le piège, on utilise de préférence des éléments radioactifs à courte demi-vie tels que le brome 82, le technétium 99-m, le germanium-69 etc... Le technétium 99-m est particulièrement préféré à cause de sa très courte
25 demi-vie (6 heures) et de la disparition très rapide de sa radioactivité, au bout d'environ 3 jours.

Le piège apte à retenir physiquement le radiotraceur de l'huile lubrifiante peut être de différents types. En général, le piège comporte au moins un élément de filtration constitué par au moins un support filtrant à structure poreuse fixé dans une enveloppe métallique qui est
30 reliée à la ligne des gaz d'échappement. Le support filtrant ou les éléments filtrants disposés dans l'enveloppe métallique du filtre (appelée "canning") peuvent être constitués par des éléments en céramique poreuse. Le support filtrant est traversé par les gaz d'échappement entre une extrémité d'entrée et une extrémité de sortie du filtre, ce qui
35 permet de retenir les particules de traceur(s) radioactif(s) du lubrifiant contenues dans les gaz d'échappement.

Dans le cadre de l'invention, on utilisera avantageusement les filtres à particules utilisés par les constructeurs d'automobiles pour éliminer les composés organiques et le carbone contenus dans les gaz d'échappement.

5 On notera que le détecteur de(s) traceur(s) radioactif(s) retenu(s) par le piège peut être disposé avantageusement à proximité immédiate de celui-ci, ce qui facilite considérablement les mesures.

10 Ce détecteur est une sonde de détection de rayonnements ionisants (rayons bêta, X ou gamma) pouvant être soit de type scintillateur liquide ou solide [cristal iodure de sodium NaI(Tl), cristal BGO] ou soit de type semi-conducteur [cristal germanium, cristal CZT].

Ces types de détecteurs permettent de mettre en œuvre de façon continue le procédé conforme à l'invention et l'acquisition des données peut se faire en un temps très court, de l'ordre d'une seconde.

15 On notera, en outre, que le détecteur peut détecter simultanément la présence de divers traceurs marqués de l'huile ainsi que leurs quantités respectives dans les gaz de combustion.

20 Les signaux détectés sont ensuite traités par une série de moyens permettant de calculer la consommation du moteur en huile lubrifiante ; ces moyens comprennent notamment un moyen de traitement du signal détecté (par exemple, amplificateur, filtre et convertisseur analogique/digital CAD), un moyen d'analyse des hauteurs d'impulsions (par exemple, analyseur multicanal) et un moyen de stockage et de traitement des données acquises (par exemple, ordinateur PC).

L'invention a également pour objet un dispositif pour la détermination en continu de la consommation en huile lubrifiante d'un moteur à combustion interne, ce dispositif comprenant :

30 - un moyen d'incorporation dans l'huile lubrifiante d'une quantité déterminée d'au moins un traceur radioactif ;

- des moyens pour mesurer en aval du moteur, dans les gaz de combustion issus de celui-ci, la quantité du traceur radioactif qui y est présente ;

35 - et des moyens pour déduire de cette mesure la consommation en huile du moteur ;

ce dispositif étant caractérisé en ce qu'il comprend :

(i) en aval du moteur, un piège avec lequel viennent en contact les gaz de combustion issus du moteur et qui est apte à retenir physiquement les particules de(s) traceur(s) radioactif(s) présentes dans ces gaz ;

5 (ii) à proximité de ce piège et à une distance de celui-ci permettant de mesurer un rayonnement émis par les particules de(s) traceur(s) retenues par ce piège, un détecteur sensible à ce rayonnement ;

(iii) en liaison fonctionnelle avec le détecteur, un ordinateur programmé apte à calculer à partir des informations relevées par le
10 détecteur la consommation du moteur en huile lubrifiante.

Le piège apte à retenir les particules de(s) traceur(s) radioactif(s) de l'huile marquée peut être placé en aval du moteur en toute position lui permettant d'être au contact des gaz de combustion. Il peut ainsi être situé sur la ligne d'échappement des gaz du moteur ou sur une
15 dérivation prévue à cet effet.

Avant rejet à l'atmosphère des gaz d'échappement, si le piège à particules n'est pas lui-même un filtre à particules, un tel filtre devra nécessairement être prévu en aval de ce piège, sur la ligne d'échappement.

20 Les dessins annexés illustrent la mise en œuvre de l'invention. Sur ces dessins :

La figure 1 est une vue schématique illustrant le procédé de l'invention ;

25 Les figures 2 à 4 sont des diagrammes relatifs à des exemples de mise en œuvre qui seront décrits ci-après.

On se référera d'abord à la figure 1.

En dérivation sur le circuit d'huile lubrifiante 1 du moteur à combustion interne 2 est prévue une ligne 3 d'introduction d'une quantité prédéterminée de la même huile lubrifiante additionnée d'au
30 moins un traceur radioactif et permettre de mesurer la consommation en huile du moteur.

Les produits de combustion du moteur 2 sont évacués par la ligne 4 jusqu'à un piège 7, apte à retenir physiquement les particules du traceur radiochimique ou de l'additif radioactivé présentes dans les gaz
35 d'échappement.

Avant d'être évacués à l'extérieur par la ligne 8, ces gaz traversent un filtre 9, destiné à retenir les dernières particules radioactives présentes.

5 A proximité immédiate du piège 7 est prévue une sonde 10 de détection de rayonnements ionisants, qui permet de mesurer en continu la quantité présente dans le piège 7 du radiotraceur incorporé dans l'huile lubrifiante ou du ou des éléments marqués par activation d'additifs contenus dans cette huile.

10 On notera que l'activation par neutrons thermiques et/ou faisceau de protons des espèces Ei n'affecte en rien les caractéristiques de l'huile lubrifiante, car les neutrons thermiques sont des particules très peu énergétiques.

15 Ainsi qu'il a été exposé ci-dessus, on utilisera de préférence, comme radiotraceur de l'huile lubrifiante, un composé radioactif à courte demie-vie, notamment le technétium 99m.

Les exemples ci-après, qui n'ont pas de caractère limitatif, illustrent la mise en œuvre de l'invention et les avantages de celle-ci.

Exemples

20

Ces exemples sont destinés à illustrer la mesure de la consommation par un moteur thermique à quatre temps d'une huile lubrifiante marquée à l'aide d'un traceur radioactif, qui est piégé par un filtre à particules placé sur le circuit d'échappement du moteur.

25

Le moteur quatre temps utilisé pour les exemples 1 et 2 est un moteur de motocyclette HONDA, connu sous l'appellation commerciale HORNET, de 600 cm³.

Le moteur utilisé dans l'exemple 3 est un moteur 2.2L turbo-diesel, équipant un véhicule Renault Laguna.

30

L'huile pour moteur à quatre temps utilisée dans les exemples 1 et 2 est une huile pour motocyclette commercialisée sous la marque ELF, type 4 DXRatio. L'huile utilisée dans l'exemple 3 est une huile pour moteur automobile, commercialisée sous la marque ELF Prestigrade 15W40.

35

On a utilisé les deux traceurs suivants ;

- l'isotope ^{99m}Tc, disponible sous forme de pertechnétate de sodium, NaTc O₄, en solution aqueuse,

- et l'isotope radioactif ^{65}Zn , obtenu par irradiation d'un additif connu et usuel pour une huile lubrifiante, un dithiophosphate de zinc secondaire (noté DTPZn), qui contient une quantité élevée de zinc (plus de 10% en poids), que l'on soumet à une irradiation pendant plusieurs heures sous un haut flux de neutrons par un réacteur nucléaire, qui transforme le ^{64}Zn stable en ^{65}Zn radioactif.

Le piège à particules radioactives utilisé est un filtre à particules disponible dans le commerce, installé sur les véhicules Peugeot équipés du moteur 2,2 litres HDI.

Le système de détection des particules radioactives retenues par le piège est un détecteur standard NaI(Tl) de 3*3 pouces avec tube photomultiplicateur intégré, les autres éléments de la chaîne de mesure étant un préamplificateur de charge modèle 2007P de marque Canberra, un amplificateur de spectroscopie 2020 (Canberra), un convertisseur ADC modèle 8087 (Canberra), et une carte multicanaux modèle S100 (Canberra). Les logiciels mis en oeuvre lors de ces essais sont « Génie 2000 » (Canberra) pour la spectrométrie gamma, ainsi que le logiciel d'analyse MCS (Multi Channel Scaling) « IDSWear » commercialisé par la société Atlantic Nuclear Services (ANS), Canada.

Exemple 1

Cet exemple concerne la mesure de la consommation de l'huile en utilisant comme traceur le $^{99\text{m}}\text{Tc}$.

La solution aqueuse de pertechnétate de sodium est miscible en petite quantité (2 à 3% en poids, selon le type d'huile) avec l'huile pour moteur quatre temps.

On part d'une solution aqueuse de NaTcO_4 ayant une activité spécifique de 500 MBq/ml (Méga Becquerels par millilitre).

On prélève 2,22 ml de cette solution et on les mélange à 3 litres d'huile pour moteur quatre temps, pour aboutir à une activité spécifique de 370 MBq/l.

On introduit l'huile ainsi marquée dans le carter du moteur (moteur non contaminé, alimenté par une essence non marquée), on fait démarrer le moteur et on le fait fonctionner à différents régimes.

La figure 2 est un diagramme illustrant le nombre de rayons gamma détectés par seconde au niveau du filtre à particules, à différents régimes du moteur, en fonction du temps.

5 L'augmentation d'activité détectée en fonction du temps et des différents régimes du moteur (2000, 4000 et 6000 tours/mn) correspond à la consommation d'huile.

10 Cette consommation est faible sur ce type de moteur et très difficile à apprécier avec des méthodes de mesure usuelles, alors que le procédé conforme à l'invention se prête parfaitement à de telles mesures. De plus, le procédé permet le suivi en continu de la consommation d'huile.

On voit, sur la figure 2, que la pente de la courbe, qui reflète la consommation d'huile, croît avec le régime suivant une relation sensiblement linéaire dans cette plage de régimes. Cette pente est en effet, la suivante, en fonction du régime moteur :

15

Tours par minute	Pente (coups/s)	Consommation
2000	1,10	10,7 ml/h
4000	2,67	25,9 ml/h
6000	4,10	39,9 ml/h

20

La prise en compte de la géométrie de détection et de l'efficacité de la chaîne de comptage permet d'estimer les consommations indiquées dans la colonne de droite pour chaque régime du moteur.

Exemple 2.

25

Cet exemple concerne la consommation d'huile marquée au ^{65}Zn .

A partir d'un échantillon du DTPZn activé par irradiation neutronique, dont l'activité spécifique est de 95 kBq/ml, on prélève 30 ml que l'on mélange à 3 litres d'huile pour moteur quatre temps, pour aboutir à une activité spécifique de 950 kBq/l.

30

L'huile ainsi marquée est introduite dans le carter du moteur. Etant donné la faible activité spécifique du traceur disponible, la configuration du moteur a été modifiée pour cet essai, de manière à atteindre une consommation en huile élevée, voisine de 1 litre par heure à 6000 tours/mn.

Le moteur, non contaminé et alimenté avec de l'essence non activée, est mis en marche et on le fait fonctionner au régime stabilisé de 6000 tours/min.

5 Compte tenu de la longue demi-vie du ^{65}Zn (244 jours), une seule série de mesures a été effectuée dans cet essai, afin de ne pas contaminer à l'excès l'ensemble de l'appareillage de mesure (banc d'essai et filtre à particules), le but étant simplement de tester le procédé conforme à l'invention sur un moteur dont la consommation en huile est nettement plus importante que dans l'Exemple 1, avec en
10 outre un isotope autre que le $^{99\text{m}}\text{Tc}$.

La figure 3 est un diagramme illustrant le nombre de rayons gamma détectés par seconde au niveau du filtre à particules, à 6000 tours par minutes, en fonction du temps.

On constate que la pente de la courbe est d'environ 0,73 coup/s.
15 La prise en compte de la géométrie de détection et de l'efficacité de la chaîne de comptage pour le rayonnement émis par le ^{65}Zn (ce rayonnement est d'énergie nettement supérieure au $^{99\text{m}}\text{Tc}$) permet d'estimer la consommation du moteur à 0,87 litres par heure.

20 Les Exemples 1 et 2, mettent donc en évidence une relation entre les vitesses de rotation du moteur et la montée en activité du filtre à particules, qui sont cohérentes avec les consommations d'huile auxquelles on peut s'attendre dans ces conditions.

L'utilisation d'un isotope ne perturbe pas les mesures et l'on observe des comportements similaires avec deux isotopes différents.

25

Exemple 3.

Cet exemple concerne la consommation d'huile marquée au ^{65}Zn .

30 A partir d'un échantillon du DTPZn activé par irradiation neutronique, dont l'activité spécifique est de 95 kBq/ml, on prépare 50 litres d'huile ayant une activité spécifique de 21,2 kBq/l.

L'huile ainsi marquée est introduite dans le carter du moteur. Le véhicule, installé sur un banc à rouleaux, suit des cycles pré-programmés de 471 km, choisis de manière à favoriser la consommation d'huile par le moteur.

35 Le moteur utilisé est non contaminé et est alimenté avec du carburant non activé. Six vidanges ont été effectuées après 10.000 km,

et une vidange a été effectuée après 20.000 km. A chaque vidange, la consommation d'huile du moteur est calculée en faisant la différence entre la masse d'huile initiale et la masse d'huile de vidange, recueillie par pesée, à laquelle s'ajoute la masse des éventuels appoints d'huile effectués entre chaque vidange. L'augmentation de l'activité en Zn-65 du filtre à particules entre chaque vidange est également mesurée.

La figure 4 montre la corrélation entre la consommation d'huile du moteur à chaque vidange, calculée par pesée, et l'augmentation d'activité au niveau du filtre à particules.

Cet exemple montre donc que le suivi de l'accumulation de Zn-65, utilisé sous forme de DTPZn activé, au niveau du filtre à particules est représentatif de la consommation d'huile du moteur.

La mesure d'activité au niveau du filtre à particules étant possible en continu, il est donc également possible de mesurer en continu la consommation d'huile du moteur en utilisant ce dispositif et ce procédé.

REVENDICATIONS

- 5 1. Procédé de détermination en continu de la consommation en
huile lubrifiante d'un moteur (2) à combustion interne, dans lequel :
- on marque l'huile lubrifiante dont on désire mesurer la
consommation avec une quantité déterminée d'au moins un traceur
radioactif ;
 - on mesure en aval du moteur (2), dans les gaz issus de celui-ci,
10 la quantité de(s) traceur(s) radioactif(s) présente ;
 - et l'on en déduit la consommation du moteur en huile
lubrifiante ;
- ce procédé étant caractérisé en ce que la mesure dans les gaz
issus du moteur (2) de la quantité présente de(s) traceur(s) radioactif(s)
15 de l'huile lubrifiante comprend :
- la mise en contact de ces gaz avec un piège (7) apte à retenir
physiquement les particules de(s) traceur(s) radioactif(s) ;
 - la mesure, à l'aide d'un détecteur (10) sensible à un
rayonnement émis par le(s) traceur(s) radioactif(s) retenu(s) par le piège
20 (7), de ce rayonnement en provenance du piège ;
 - et la transmission des mesures effectuées par ce détecteur (10) à
un ordinateur programmé apte à convertir ces mesures en le taux de
consommation du moteur en huile lubrifiante.
- 25 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le traceur
radioactif incorporé dans l'huile lubrifiante est un élément radioactif à
courte demi-vie, notamment le brome 82 ou le technétium 99m.
- 30 3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le
technétium 99-m est incorporé dans l'huile sous forme d'une solution
aqueuse de pertechnétate de sodium NaTcO_4 .
- 35 4. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que le
technétium 99-m est incorporé dans l'huile sous forme de particules de
dimensions nanométriques et isolées de l'atmosphère par du carbone.

5. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le traceur radioactif incorporé dans l'huile lubrifiante est choisi parmi le germanium-68 et/ou le germanium-69, de préférence sous la forme d'au moins un tétra-alkyl germane contenant au moins le germanium-68 et/ou le germanium-69.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce le traceur radioactif est un élément ou un composé comprenant cet élément, qui a été activé par voie neutronique et/ou par un faisceau de protons avant incorporation dans cette huile.

7. Dispositif pour la détermination en continu de la consommation en huile lubrifiante d'un moteur (2) à combustion interne, ce dispositif comprenant :

- un moyen d'incorporation dans l'huile lubrifiante d'une quantité déterminée d'au moins un traceur radioactif ;

- des moyens pour mesurer en aval du moteur, dans les gaz de combustion issus de celui-ci, la quantité du traceur radioactif qui y est présente ;

- et des moyens pour déduire de cette mesure la consommation en huile du moteur ;

ce dispositif étant caractérisé en ce qu'il comprend :

(i) en aval du moteur (2), un piège (7) avec lequel viennent en contact les gaz de combustion issus du moteur et qui est apte à retenir physiquement les particules de(s) traceur(s) radioactif(s) présentes dans ces gaz ;

(ii) à proximité de ce piège (7) et à une distance de celui-ci permettant de mesurer un rayonnement émis par les particules de traceur(s) radioactif(s) retenues par ce piège, un détecteur (10) sensible à ce rayonnement ;

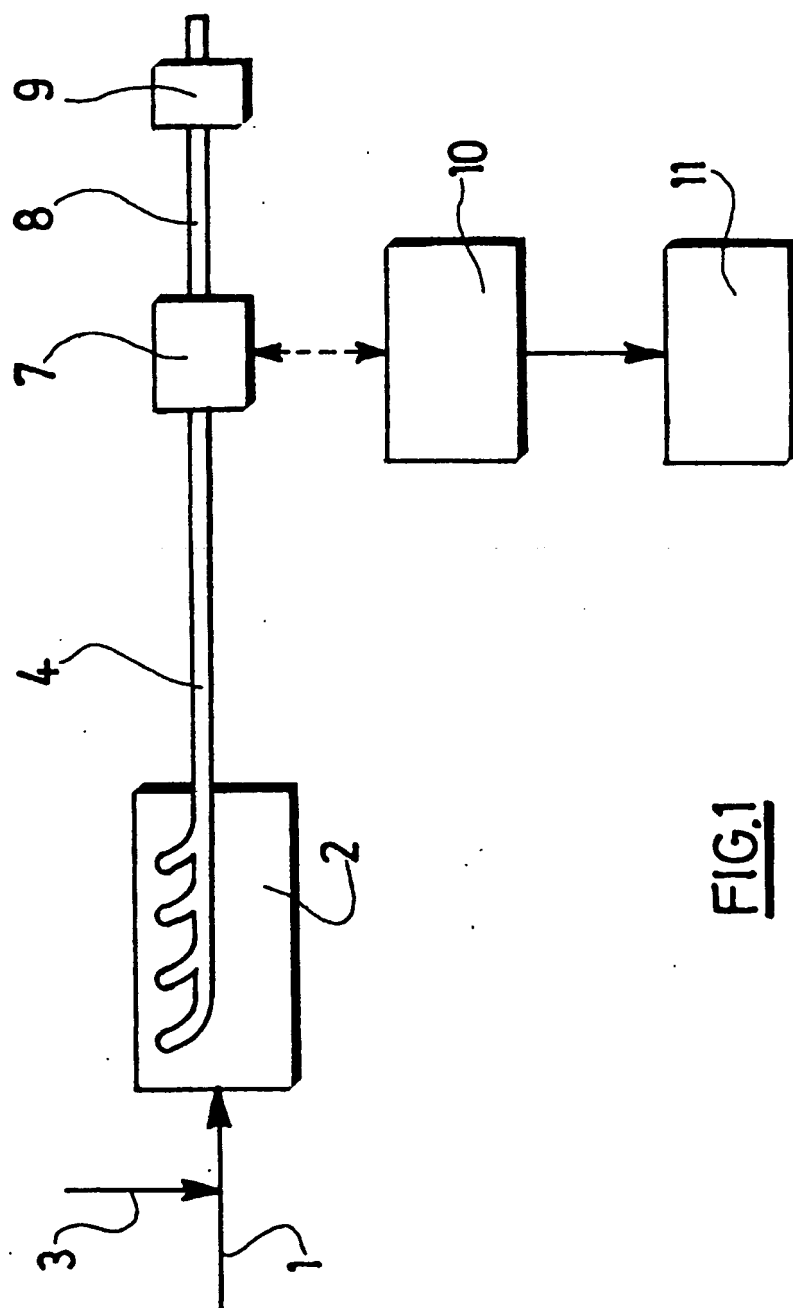
(iii) en liaison fonctionnelle avec le détecteur (10), un ordinateur programmé (11) apte à calculer à partir des informations relevées par le détecteur la consommation du moteur en huile lubrifiante ou en additif.

8. Dispositif selon la revendication 7, caractérisé en ce que le piège (7) est placé sur la ligne d'échappement des gaz de combustion du moteur (2) ou encore sur une dérivation prévue à cet effet.

9. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 7 et 8, caractérisé en ce que le piège (7) comprend un filtre à particules.

5 **10.** Dispositif selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que le détecteur (10) est une sonde de détection de rayonnements ionisants.

10 **11.** Dispositif selon l'une quelconque des revendications 7 à 10, caractérisé en ce qu'il comprend un filtre (9) disposé sur la ligne d'échappement des gaz de combustion entre le piège (7) et le point de rejet de ces gaz à l'atmosphère.



Nombre de rayons gamma détectés au niveau du piège par seconde

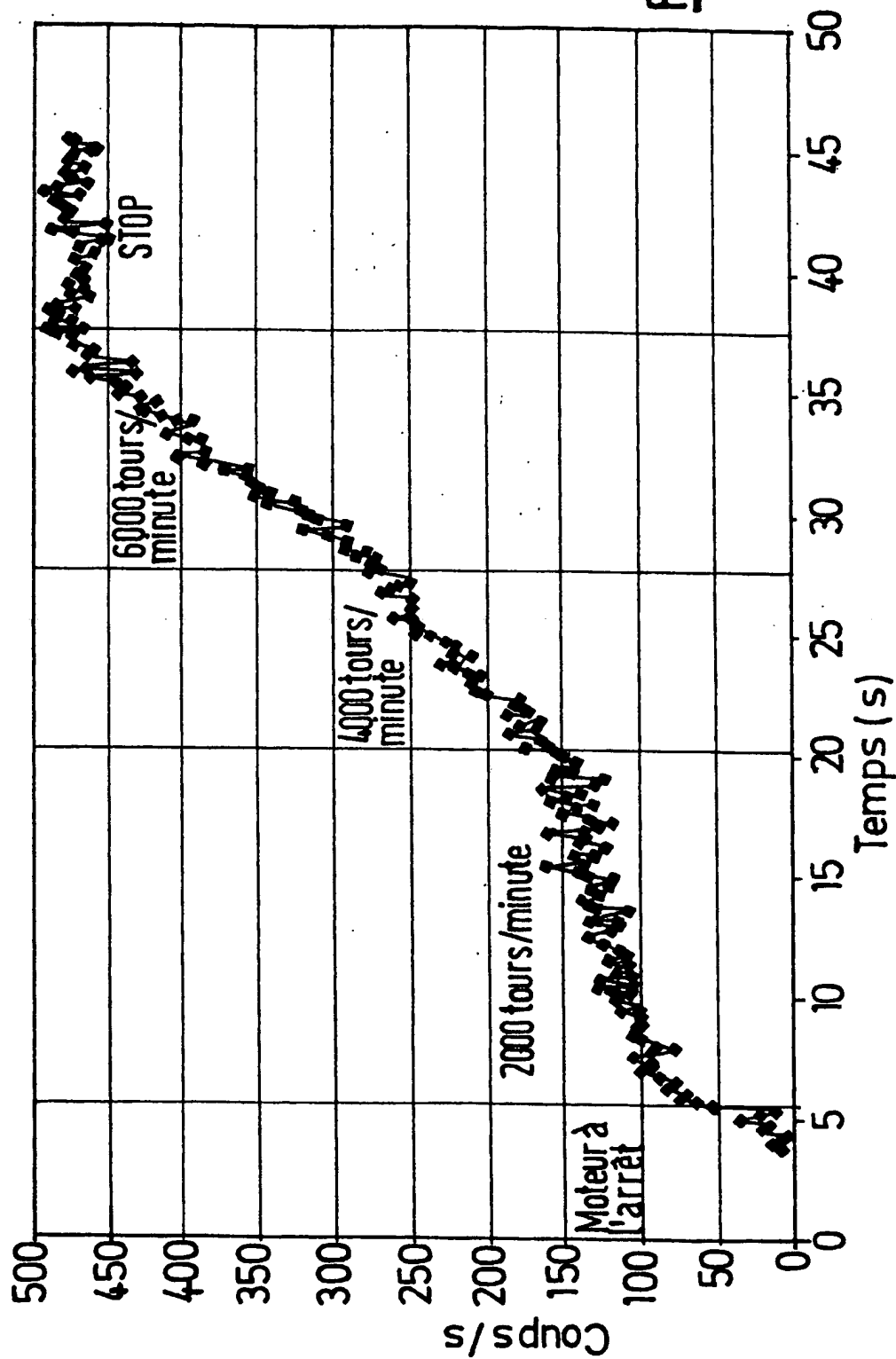


FIG.2

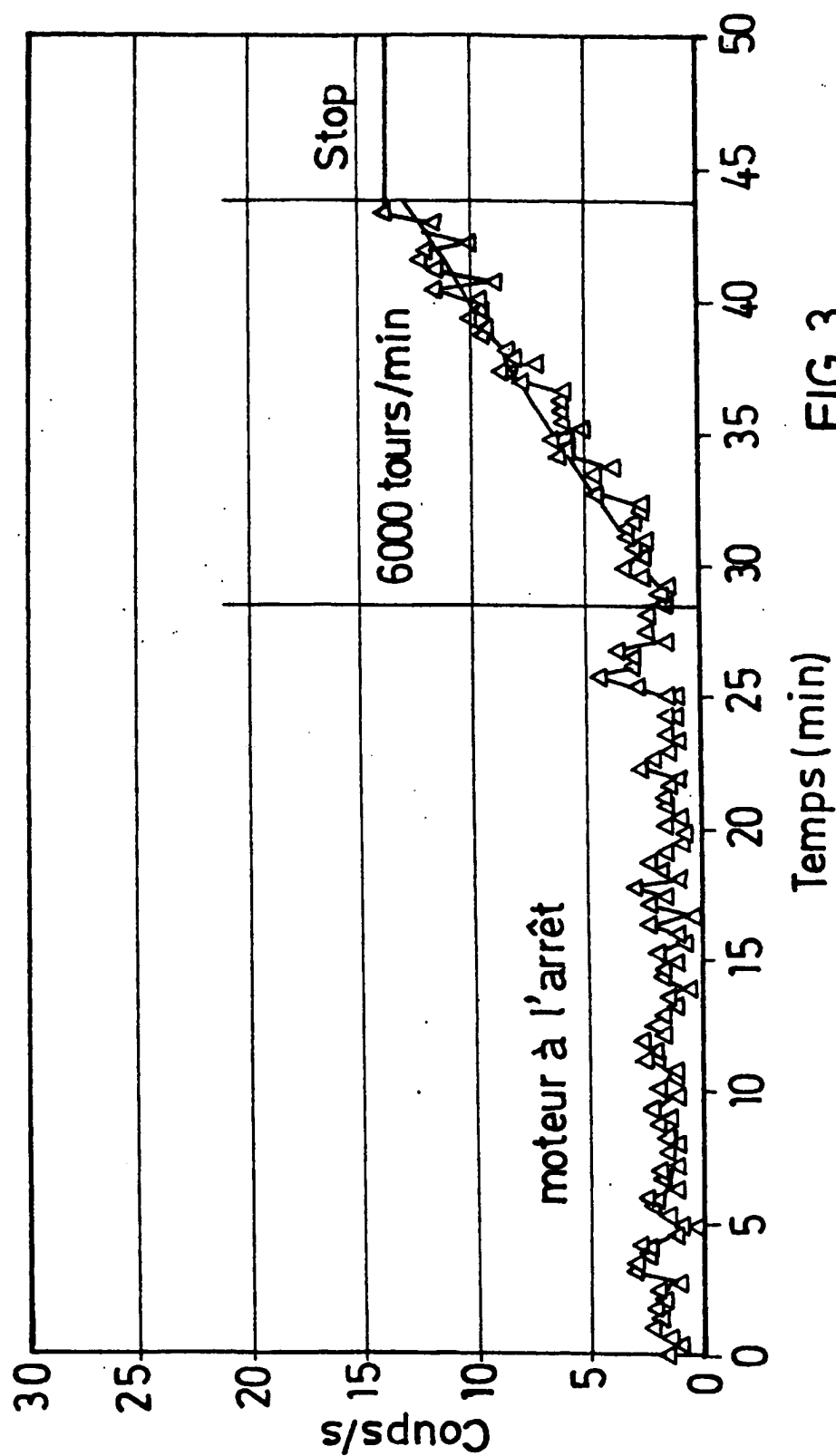


FIG.3

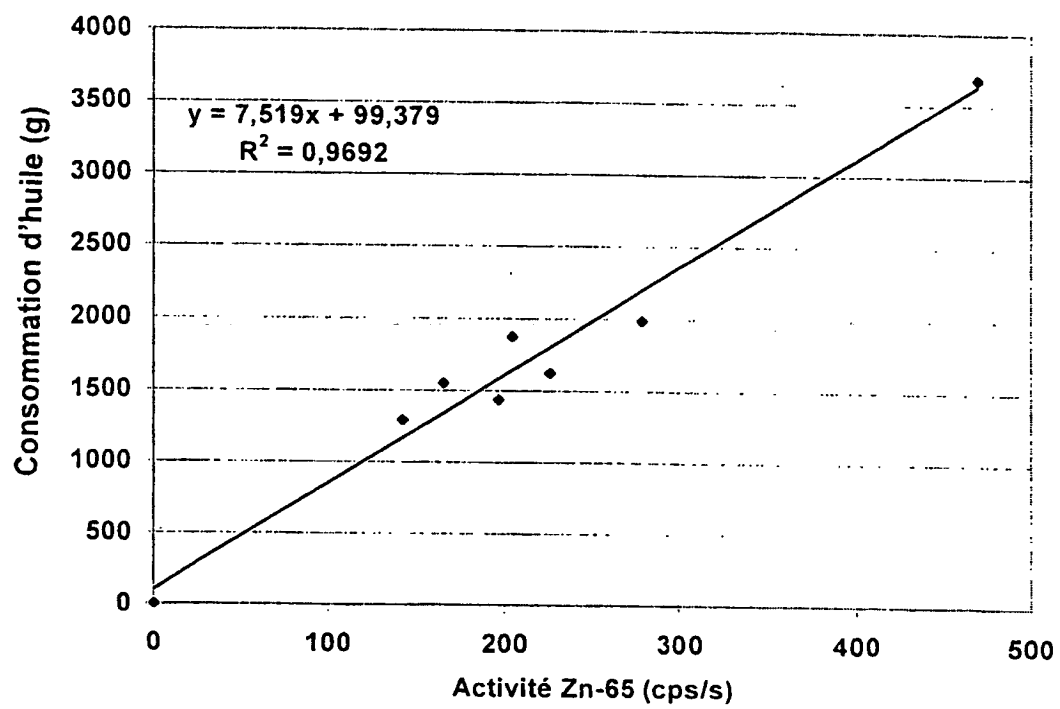


FIG. 4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 03/02657

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 G01F1/704 G21H5/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 G01F G21H

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	GB 2 051 354 A (ATOMIC ENERGY AUTHORITY UK) 14 January 1981 (1981-01-14) the whole document	1,7
A	FR 2 307 257 A (KERNFORSCHUNG GMBH GES FUER) 5 November 1976 (1976-11-05) the whole document	1,7
A	US 2 957 986 A (QUIGG HAROLD T) 25 October 1960 (1960-10-25) the whole document	1
A	US 3 471 696 A (MOORE CALEB P ET AL) 7 October 1969 (1969-10-07) the whole document	1
A	US 2 939 011 A (BISSE LOUIS A ET AL) 31 May 1960 (1960-05-31) the whole document	1

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

T later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

X document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

Y document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

& document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 January 2004

Date of mailing of the international search report

28/01/2004

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Mouton, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 03/02657

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 2051354	A	14-01-1981	NONE	
FR 2307257	A	05-11-1976	DE 2515960 A1 FR 2307257 A1 GB 1530512 A US 4048497 A	21-10-1976 05-11-1976 01-11-1978 13-09-1977
US 2957986	A	25-10-1960	NONE	
US 3471696	A	07-10-1969	DE 1698029 B1 GB 1147930 A	31-05-1972 10-04-1969
US 2939011	A	31-05-1960	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demar nationale No
PCT/FR 03/02657

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 G01F1/704 G21H5/02

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 G01F G21H

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	GB 2 051 354 A (ATOMIC ENERGY AUTHORITY UK) 14 janvier 1981 (1981-01-14) le document en entier	1,7
A	FR 2 307 257 A (KERNFORSCHUNG GMBH GES FUER) 5 novembre 1976 (1976-11-05) le document en entier	1,7
A	US 2 957 986 A (QUIGG HAROLD T) 25 octobre 1960 (1960-10-25) le document en entier	1
A	US 3 471 696 A (MOORE CALEB P ET AL) 7 octobre 1969 (1969-10-07) le document en entier	1
A	US 2 939 011 A (BISSE LOUIS A ET AL) 31 mai 1960 (1960-05-31) le document en entier	1

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *A* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

22 janvier 2004

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

28/01/2004

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Mouton, J

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale No
PCT/FR 03/02657

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2051354	A	14-01-1981	AUCUN	
FR 2307257	A	05-11-1976	DE 2515960 A1 FR 2307257 A1 GB 1530512 A US 4048497 A	21-10-1976 05-11-1976 01-11-1978 13-09-1977
US 2957986	A	25-10-1960	AUCUN	
US 3471696	A	07-10-1969	DE 1698029 B1 GB 1147930 A	31-05-1972 10-04-1969
US 2939011	A	31-05-1960	AUCUN	